

M.H

09/744784

PCT / IB 99 / 0 1 3 3 9

2 8. 07. 99

IB 99/1339

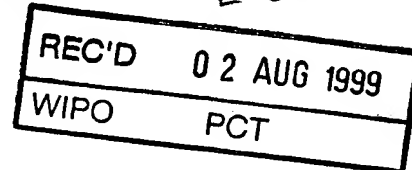


Eur päisches  
Patentamt

Eur pean  
Patent Office

Office eur péen  
des brevets

EJU



Bescheinigung

Certificate

Attestation

Die angehefteten Unterla-  
gen stimmen mit der  
ursprünglich eingereichten  
Fassung der auf dem näch-  
sten Blatt bezeichneten  
europäischen Patentanmel-  
dung überein.

The attached documents  
are exact copies of the  
European patent application  
described on the following  
page, as originally filed.

Les documents fixés à  
cette attestation sont  
conformes à la version  
initialement déposée de  
la demande de brevet  
européen spécifiée à la  
page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

98810726.4

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Der Präsident des Europäischen Patentamts;  
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets  
p.o.

W. Staab

W. Staab

DE HAAG DEN  
THE HAGUE  
LA HAYE,

11/06/99

EPA/EPO/OEB

1014 - 02.91

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**Eur päisches  
Patentamt**

**Eur pean  
Patent Office**

**Office eur péen  
des brevets**

**Blatt 2 der Bescheinigung  
Sheet 2 of the certificate  
Page 2 de l'attestation**

Anmeldung Nr.:  
Application no.:  
Demande n°: **98810726.4**

Anmeldetag:  
Date of filing: **29/07/98**  
Date de dépôt:

Anmelder:  
Applicant(s):  
Demandeur(s):  
**CLARIANT INTERNATIONAL LTD.**  
**4132 Muttenz**  
**SWITZERLAND**

Bezeichnung der Erfindung:  
Title of the invention:  
Titre de l'invention:  
**Waessrige Reaktivfarbstoff-Praeparate und deren Verwendung**

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s) revendiquée(s)

Staat:  
State:  
Pays:

Tag:  
Date:  
Date:

Aktenzeichen:  
File no.  
Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation:  
International Patent classification:  
Classification internationale des brevets:  
**C09B67/26, // C09B62/00**

Am Anmeldetag benannte Vertragsstaaten:  
Contracting states designated at date of filing: **AT/BE/CH/CY/DE/DK/ES/FI/FR/GB/GR/IE/IT/LI/LU/MC/NL/PT/SE**  
Etats contractants désignés lors du dépôt:

Bemerkungen:  
Remarks:  
Remarques:

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Case 1998CH017

- 1 -

### WÄSSRIGE REAKTIVFARBSTOFFPRÄPARATE UND DEREN VERWENDUNG

Bei wasserlöslichen Reaktivfarbstoffen ist es wegen der einfacheren Handhabung oft erwünscht, diese in Form von konzentrierten, wäßrigen Lösungen zu produzieren und zu liefern. Dabei besteht allerdings ein Problem darin, daß beim verlängerten Lagern, besonders unter Temperaturschwankungen (zum Beispiel von -20 bis +50°C), die physikalischen und färberischen Eigenschaften der konzentriert n Reaktivfarbstofflösungen - auch wenn sie entsprechende Zusätze wie z.B. Lösungsvermittler oder Schutzkolloide enthalten - stark beeinträchtigt werden können, z.B. indem ihre Viskosität zunimmt, Ausfällungen entstehen, der pH durch Hydrolyse stark sinkt und/oder die Farbe bzw. die färberischen Eigenschaften (insbesondere Nuance und/oder Farbausbeute), derart verändert werden, daß sie dann praktisch nicht mehr gebraucht werden können.

Es wurde nun gefunden, daß die unten definierten, wäßrigen, biurehaltigen Reaktivfarbstoffpräparat überraschend beständig sind, und zwar auch bei starken Temperaturschwankungen, und ihre physikalischen und färberischen Eigenschaften auch nach längerem Lagern im wesentlichen beibehalten.

Die Erfindung betrifft die definierten Reaktivfarbstoffpräparate, deren Herstellung und deren Verwendung.

Ein erster Gegenstand der Erfindung sind also wäßrige Reaktivfarbstoffpräparate (P), welche wäßrige Lösungen von

- (R) mindestens einem Reaktivfarbstoff
- und gegebenenfalls
- (F) mindestens einem Formulierungszusatz
- sind,
- die durch einen Gehalt an
- (B) Biuret
- gekennzeichnet sind.

Die Reaktivfarbstoffe sind eine bekannte Kategorie von Farbstoffen und sind in der Fachliteratur beschrieben, z.B. sind sie im Colour Index unter der Bezeichnung "Reactive Dyes" definiert und auch zahlreich aufgezählt. Reaktivfarbstoffe sind auch im Handel zahlreich erhältlich.

Case 1998CH017

- 2 -

Die Reaktivfarbstoffe (R) können beliebige Reaktivgruppen enthalten, z.B. halogensubstituierte heterocyclische (insbesondere solche der Halogen-triazin- oder -pyrimidinreihe) oder offenkettige (insbesondere  $\beta$ -Sulfatoäthylsulfonyl,  $\beta$ -Sulfatoäthylaminosulfonyl,  $\beta$ -Sulfatopropionamido,  $\beta$ -Chlor-äthylsulfonyl, Vinylsulfonyl oder Acryloylaminosulfonyl), und auch beliebige chromophore Reste (z.B. solche der Anthrachinon-, Phthalocyanin-, Triphendioxazin-, Azo- oder Azomethinreihe, sowie Metallkomplexe entsprechender Azo- und/oder Azomethinfarbstoffe). Als (R) sind solche Reaktivfarbstoffe bevorzugt, die einen halogensubstituierten Heterocyclus als faserreaktiven Rest enthalten, vorzugsweise einen fluor-, chlor- und/oder bromsubstituierten Rest der Triazin- oder Pyrimidinreihe (vorzugsweise einen Mono- oder Dichlortriazinrest oder einen fluor- und/oder chlosubstituierten Pyrimidinrest), oder einen Sulfatoäthylsulfonylrest.

Als (R) können beliebige Reaktivfarbstoffe verwendet werden, die wasserlöslich sind, insbesondere die mindestens eine wasserlöslichmachende Gruppe enthalten, z.B. mindestens eine Sulfonsäure- oder Carbonsäuregruppe (vorzugsweise in Salzform), mindestens eine Sulfonsäureamid-Gruppe oder, bei Metallkomplexen, ein entsprechendes Gegenion. Vorzugsweise enthalten die Reaktivfarbstoffe eine oder mehrere Sulfonsäuregruppen in Salzform. Zur Salzbildung bzw. als Gegenionen eignen sich beliebige Kationen, wie sie für wasserlösliche anionische Farbstoffe geeignet sind, insbesondere Alkalimetallkationen (Lithium, Natrium, Kalium) und Ammoniumkationen (z.B. unsubstituiertes Ammonium, oder mit niedrigmolekularen aliphatischen Resten substituiertes Ammonium, z.B. Mono-, Di- oder Tri-(C<sub>1-2</sub>-alkyl)-ammonium, Mono-, Di- oder Tri-(C<sub>2-3</sub>-hydroxyalkyl)-ammonium, Mono-, Di- oder Tri-[(C<sub>1-2</sub>-alkoxy)-(C<sub>2-3</sub>-alkyl)]-ammonium oder Morpholinium}. Die Farbstoffe (R) enthalten vorteilhaft mindestens zwei wasserlöslichmachende Gruppen im Molekül, insbesondere im chromophoren Rest, wovon vorteilhaft mindestens eine eine Sulfogruppe ist. Die Wasserlöslichkeit der Farbstoffe (R) beträgt vorteilhaft mindestens 10 g/l, vorzugsweise mindestens 30 g/l, bei Raumtemperatur (= 20°C) und bei pH 7. Die Farbstoffe (R) können reine bzw. gereinigte Farbstoffe sein, oder auch nicht gereinigte, die z.B. noch Nebenprodukte und/oder Fremdelektrolyte aus ihrer Herstellung enthalten, z.B. aus allfälligen Diazotierungs-, Kupplungs-, Metallisierungs-, Dehydrohalogenierungs-, Verseifungs-, Reduktions- und/oder Oxydationsreaktionen (z.B. Alkalimetall-chloride, -sulfate, -nitrate, -acetate, -salicylate); aus einer sauren pH-Einstellung mit einer Säure, z.B. Salzsäure, und nachträglichen Neutralisation mit Natrium- oder Kaliumhydroxyd oder aus einer alkalischen pH-Einstellung mit Natrium- oder Kaliumhydroxyd und nachträglichen Neutralisation mit einer Säure, z.B. Salzsäure, durch pH-Einstellung mit einem Puffer (z.B. mit Natrium- oder Kaliumhydrogenphosphat oder -acetat) oder/und durch Aussalzen mit Natrium- oder Kaliumchlorid, kann eine entsprechende Menge an Salzen, z.B. Natrium- oder Kaliumchlorid oder Puffersalzen, in (R) vorkommen. Gegebenenfalls können

Case 1998CH017

- 3 -

käufliche Farbstoffe auch Formulierungszusätze bereits enthalten, z.B. Harnstoff, Lösungsvermittler oder Tenside, wie unten unter (F1), (F2) bzw. (F4) definiert.

Die erfindungsgemäßen wäßrigen Reaktivfarbstoffpräparate (P) sind durch einen Gehalt an (R) und (B) gekennzeichnet, und können gegebenenfalls weitere Formulierungszusätze (F) enthalten.

Der (R)-Gehalt in den erfindungsgemäßen wäßrigen Reaktivfarbstoffpräparaten (P) liegt vorteilhaft im Bereich von 5 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 35 Gew.-%.

Der (B)-Gehalt in den erfindungsgemäßen wäßrigen Reaktivfarbstoffpräparaten (P) liegt vorteilhaft im Bereich von 0,1 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.-%.

Als weitere Formulierungszusätze (F) können in den erfindungsgemäßen Präparaten (P) beliebige, an sich übliche Formulierungszusätze enthalten sein, z.B. eine oder mehrere der folgenden Komponenten

(F1) Harnstoff,

(F2) mindestens einen nicht-ionogenen, basischen oder kationischen Lösungsvermittler,

(F3) mindestens ein Alkalimetallsalz einer Mineralsäure,

(F4) ein Tensidsystem,

(F5) ein Entschäumer

und (F6) ein Mittel zur Bekämpfung der schädigenden Wirkung von Mikroorganismen.

Gegebenenfalls können die erfindungsgemäßen Präparate (P) Harnstoff (F1) enthalten. Der Gehalt an (F1) in (P) liegt z.B. im Bereich von 0,1 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.-%.

Als Lösungsvermittler (F2) kommen an sich bekannte Produkte in Betracht, z.B. aliphatische nicht-ionische Oligohydroxyverbindungen [z.B. mit 2 bis 12, vorzugsweise 3 bis 10, insbesondere 4 bis 8, Kohlenstoffatomen, z.B. Glycerin, Hexylenglykol oder/und Mono- oder Oligo-(C<sub>2-4</sub>-alkylen)-glykole] oder auch deren Mono-(C<sub>1-4</sub>-alkyl)-äther, oder vorzugsweise basische oder kationische, z.B. Mono-, Di- oder Tri-(C<sub>2-3</sub>-hydroxyalkyl)-amin und Mono-, Di- oder Tri-[(C<sub>1-2</sub>-alkoxy)-(C<sub>2-3</sub>-alkyl)]-amin.

Der Anteil an (F2) kann in (P) in einem weiten Bereich variieren. Wenn (F2) eingesetzt wird, liegt das Gewichtsverhältnis von (F2) zu (R) z.B. im Bereich von 0,5 bis 5 Gewichtsteilen (F2) pro 100 Gewichtsteile (R). Vorzugsweise wird kein (F2) eingesetzt.

Case 1998CH017

- 4 -

Eine Komponente (F3) kann gegebenenfalls vorhanden sein. Als Alkalimetallsalze (F3) kommen besonders solche in Betracht, wie sie z.B. als Coupage zur Stärfeststellung des Farbstoffes (R) verwendet werden können. Als (F3) kommen zum Beispiel Chloride, Sulfate und gegebenenfalls Phosphate, insbesondere Natriumchlorid oder -sulfat (Glaubersalz) in Betracht. Wenn ein Salz (F3) im Präparat (P) vorhanden ist, ist der (F3)-Gehalt z.B. im Bereich von 5 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 30 Gew.-% von (R). Vorzugsweise werden keine Salze (F3) zugegeben. Nach einer besonderen Ausführungsform der Erfindung, sind die Präparate (P) im wesentlichen frei von (F3) und vorzugsweise auch im wesentlichen frei von sonstigen Fremdelektrolyten, d.h. im wesentlichen auch salzfrei, was – außer durch Verzicht auf eine (F3)-Zugabe – z.B. durch Membranfiltration einer wäßrigen (R)-Lösung vor der Zugabe von (B) und gegebenenfalls einem oder mehreren der Zusätze (F1), (F2), (F4), (F5) und (F6), erreicht werden kann.

Gewünschtenfalls können die Präparate (P) ein Tensidsystem (F4) enthalten, z.B. ein Dispergier- oder Netzmittel, wie es gelegentlich in Farbstoffpräparaten verwendet wird, z.B. ein nicht-ionogenes oder anionisches Dispergier- oder Netzmittel (z.B. Ligninsulfonate oder Kondensationsprodukte von sulfonierten Naphthalinen und/oder Diphenyläthern mit Formaldehyd) z.B. 10 bis 80 Gew.-% von (R). Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind in (P) keine Tenside (F4) vorhanden.

Gegebenenfalls können die erfindungsgemäßen Dispersionen (P) mindestens einen Zusatz (F5) oder (F6) enthalten.

Als Entschäumer (F5) eignen sich beliebige, an sich übliche schaumhemmende Produkte, die z.B. Paraffine, Mineralöle, Kieselsäure, Äthylenbisfettsäureamide und/oder Silicone enthalten können. Es eignen sich z.B. käufliche Produkte, die in den jeweils empfohlenen Konzentrationen eingesetzt werden können, z.B. im Bereich von 0,01 bis 2 Gew.-%, vorzugsweise 0,02 bis 1 Gew.-% von (P).

(F6) ist zweckmäßig ein bakterienwachstumhemmendes Mittel oder ein Biocid. Als (F6) kommen vor allem Fungicide und Baktericide in Betracht, z.B. käufliche Produkte, die in den jeweils empfohlenen Konzentrationen eingesetzt werden können, z.B. im Bereich von 0,001 bis 1 Gew.-%, vorzugsweise 0,005 bis 0,5 Gew.-% von (P).

Die erfindungsgemäßen Präparate (P) können auf sehr einfache Weise hergestellt werden, insbesondere indem man einen Farbstoff (R) oder ein Farbstoffgemisch (R) in Gegenwart von Wasser mit (B) und gegebenenfalls (F) mischt, vorteilhaft indem ein Farbstoff oder Farbstoffgemisch (R), vorzugsweise als wäßrige Lösung, als wäßriger Filterkuchen oder als Trockenfarbstoff, mit den übrigen Komponenten,



Case 1998CH017

- 5 -

insbesondere mit einer wäßrigen Lösung von (B) und gegebenenfalls (F1) und (F2) und erforderlichenfalls weiterem Wasser und gegebenenfalls (F5) und/oder (F6), gemischt wird. (F3) und (F4) werden vorteilhaft nicht zugegeben, können aber in einer käuflichen (R)-Formulierung enthalten sein. Eine pH-Einstellung, z.B. mit einer Mineralsäure, wie Salzsäure, oder mit einem Alkalimetallhydroxyd, kann gewünschtenfalls vor oder auch nach der Mischung der Komponenten erfolgen.

Der pH der erfindungsgemäßen Reaktivfarbstoffpräparate (P) liegt z.B. im Bereich von 4 bis 9, vorzugsweise 5,5 bis 8,5, besonders bevorzugt 6,5 bis 8.

Vorteilhaft enthalten die erfindungsgemäßen wäßrigen Präparate (P) außer den Bestandteilen (R), (B) und gegebenenfalls (F) keine weiteren Zusätze, d.h. sie bestehen im wesentlichen aus (R), (B) und Wasser und gegebenenfalls (F); darunter sind diejenigen bevorzugt, welche als (F) eine oder mehrere der Komponenten (F1), (F2), (F5) und (F6) und gegebenenfalls (F4) enthalten, insbesondere solche, die als (F) eine oder mehrere der Komponenten (F1), (F2), (F5) und (F6) enthalten, vor allem solche die als (F) eine oder mehrere der Komponenten (F1), (F5) und (F6) enthalten.

Die hergestellten Präparate (P) sind sehr lager- und transportbeständig, auch unter Frost- oder Hitzebedingungen, und können auch längere Zeit (z.B. mehrere Wochen oder auch Monate) gelagert werden, ohne daß ihre färberischen Eigenschaften wesentlich verändert oder beeinträchtigt werden; sie sind insbesondere auch gegenüber Temperaturschwankungen sehr beständig z.B. im Temperaturbereich von -20 °C bis +50 °C, wobei der pH im wesentlichen beständig ist. Eventuelle kleinere Schwankungen im pH der wäßrigen Präparate können vorkommen, was aber die färberischen Eigenschaften nicht wesentlich beeinflußt.

Die erfindungsgemäßen Präparate (P) können, so wie sie hergestellt worden sind, direkt gehandhabt werden und insbesondere als Farbstoffe für diejenigen Substrate und Verfahren eingesetzt werden, für welche die jeweiligen Reaktivfarbstoffe (R) verwendbar sind. Es können z.B. Substrate aus natürlichen oder synthetischen Polyamiden (z.B. Wolle, Seide, Polyamid 6, Polyamid 66), aus Polyurethanen und/oder cellulosehaltige Substrate (z.B. Baumwolle, Hanf, Leinen, Viscose, Lyocel) gefärbt werden, insbesondere Textilmaterial in beliebiger geeigneter Bearbeitungsform, z.B. als lose Fasern, Fäden, Garne, Gewebe, Gewirke, Vliese, Halbfertig- oder Fertigware. Es eignen sich auch beliebige übliche Färbeverfahren, z.B. Ausziehverfahren und Imprägnierverfahren (vornehmlich Klotzen, Tauchen und Bedrucken). Für Ausziehverfahren können beliebige übliche Flottenlängen (z.B. 1:5 des 1:100) und Temperaturen (z.B. im Bereich von 40°C bis Siedetemperatur, vorzugsweise 60 bis 98°C) verwendet werden. Für das Färben von Cellulosefasermaterial können den Flotten auch die bekannten Salze (z.B. Glauber-

Case 1998CH017

- 6 -

salz oder Natriumchlorid) in geeigneten Konzentrationen, z.B. von 5 bis 80 g/l, zugegeben werden und nach der gewünschten Färbedauer wird vorteilhaft ein Alkali zugegeben, z.B. Natriumhydroxyd oder/und Natriumcarbonat, um den Farbstoff reaktiv zu fixieren, vorteilhaft im pH-Bereich von 9 bis 13, vorzugsweise 10 bis 12. Die Ausziehfärbung kann dann durch das übliche Seifen bzw. Waschen und Spülen abgeschlossen werden. Kontinuierliche Imprägnierverfahren für Cellulosesubstrate können z.B. mit alkalischen Flotten vorteilhaft der obengenannten pH-Bereiche, durchgeführt werden, wobei günstigerweise ohne zu erwärmen (z.B. bei 15 bis 25°C, oder auch bis 40°C je nach Umgebungsklima) imprägniert wird und zur Fixierung die imprägnierte Ware entweder kalt verweilen gelassen werden kann oder, nach einer Zwischentrocknung, z.B. mit Dampf oder Trockenhitze behandelt wird. Auch das Bedrucken kann auf übliche Weise erfolgen, z.B. in einer Phase oder in zwei Phasen. Wird in einer Phase gedruckt, so enthält die Druckpaste ein geeignetes Alkali, z.B. Natriumcarbonat oder -bicarbonat, und die Fixierung erfolgt vorteilhaft durch Dämpfen oder mit Trockenhitze analog wie oben beschrieben. Wird in zwei Phasen gedruckt, so wird in der ersten Phase der Farbstoff appliziert, wobei diese Druckpaste vorteilhaft neutral bis schwach sauer ist (z.B. pH 4 bis 7), und das Alkali für die Fixierung in der zweiten Phase, nach einer Zwischentrocknung, vorteilhaft mit einem Minimalauftragwerk, appliziert wird, vorzugsweise so daß die Feuchtigkeit  $\leq 30\%$  des trockenen Substratgewichtes ausmacht. Auch hier erfolgt die Fixierung zweckmäßig durch Behandlung mit Dampf oder Trockenhitze, oder auch durch Liegenlassen bei Raumtemperatur. Die farbstoffhaltigen Druckpasten können geeignete Verdickungsmittel enthalten, z.B. Alginate, Kernmehläther und/oder Polyacrylate. Gewünschtenfalls können den Druckpasten Hydrotropika zugegeben werden, vornehmlich Harnstoff. Der Wassergehalt und Verdickungsmittelgehalt der Druckpasten wird vorteilhaft so gewählt, daß die Viskosität im Bereich von 1000 bis 8000 cP, vorzugsweise 2000 bis 6000 cP, bei Raumtemperatur (= 20°C), beträgt. Gewünschtenfalls können die Färbungen noch mit einem Fixiermittel nachbehandelt werden, z.B. wie in der EP 0812949 A2 beschrieben, auf welche hier ausdrücklich Bezug genommen wird.

Die erfindungsgemäßen Präparate (P) sind für alle diese an sich üblichen Verfahren einwandfrei geeignet. Es können damit z.B. auch nach einer längeren Lagerzeit, noch ohne weiteres Stammlösungen hergestellt werden, z.B. mit einer (R)-Konzentration von 1 bis 10 Gew.-%, wobei der pH vorteilhaft neutral bis schwach sauer ist (z.B. pH 5 bis 7), die ihrerseits auch noch lagerfähig sind, d.h. sie können für einen bestimmten Färbvorgang vorbereitet werden und z.B. für einen ganzen Tag in der Färberei gehalten werden, um damit einen Tagesbedarf an Stammflotte zur Verfügung zu haben.

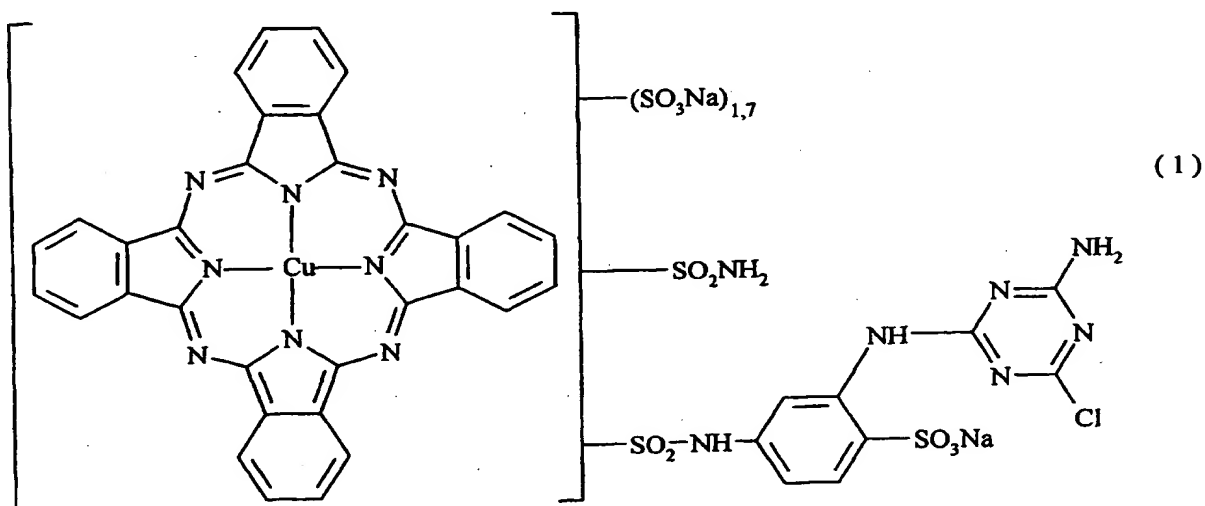
In den folgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente; die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

Case 1998CH017

- 7 -

Beispiel 1

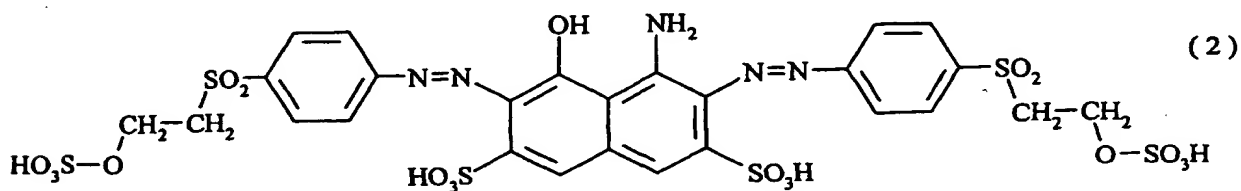
16 Teile Harnstoff und 16 Teile Biuret werden in 230 Teile entmineralisiertem Wasser gelöst und der pH der Lösung wird mit 20 %-iger Natriumhydroxydlösung auf 7,5-8,0 eingestellt. Dieser Lösung werden nun 1300 Teile einer 17 %-igen Lösung des Farbstoffes der Formel



eingeführt. Die 17 %-ige Farbstofflösung ist das durch Membranfiltration einer wässrigen Lösung des Filterkuchens aus der Herstellung des Farbstoffes erhaltene Retentat. Der pH wird mit 20 %-iger Natriumhydroxydlösung auf 7,5 bis 8,0 gehalten. Nach zweistündigem Rühren werden 4,0 Teile Biocid (Acticid RS) eingeführt. Der Farbstoffgehalt des Präparates wird durch Zugabe von entmineralisiertem Wasser auf 15,4 % Reinfarbstoff eingestellt. Das erhaltene Präparat zeichnet sich durch seine Lagerbeständigkeit, auch unter Frost- oder Hitzebedingungen, aus.

Beispiel 2

5 Teile Harnstoff, 5 Teile Biuret und 3 Teile Triäthanolaminhydrochlorid werden in 300 Teile entmineralisiertem Wasser gelöst. Dieser Lösung werden nun 166 Teile einer handelsüblichen Trockenformulierung (Wirbelschichtgranulat) des Farbstoffes der Formel



Case 1998CH017

- 8 -

[enthaltend ca. 60 % Farbstoff der Formel (2), 35 % Ligninsulfonat und 5 % Nebenprodukte] mit einer Zackenscheibe eingerührt. pH 4,5 - 5,0. Nach einstündigem Rühren werden 0,5 Teile Biocid (Acticid RS) eingerührt. Der Farbstoffgehalt des Präparates wird durch Zugabe von entmineralisiertem Wasser auf 20 % Reinfarbstoff eingestellt. Das erhaltene Präparat zeichnet sich durch seine Lagerbeständigkeit auch unter Frost- oder Hitzebedingungen aus.

### Applikationsbeispiel 1

Mit einer Druckpaste der folgenden Zusammensetzung

Flüssiges Farbstoffpräparat von Beispiel 1 oder 2	10 Teile
5 %-ige wäßrige Natriumalginatverdickung	50 Teile
Natriumhydrogencarbonat	2 Teile
Harnstoff	5 Teile
Wasser	33 Teile
	<hr/>
	100 Teile

wird ein Baumwollcretonne bedruckt und dann während 10 Minuten bei 102°C gedämpft. Dann wird kalt und warm gespült und kochend geseift. Schließlich spült man mit einem anionischen Waschmittel und trocknet. Man erhält einen türkisen oder schwarzen Druck. Mit einem 8 Wochen bei -20°C, 0°C, +20°C, +40°C oder +50°C gelagerten Präparat wird ein praktisch gleicher Druck erhalten.

### Applikationsbeispiel 2

Ein gebleichtes Baumwolltricot wird bei einem Flottenverhältnis von 1:10 nach einem Ausziehverfahren gefärbt, indem man mit dem in Wasser vorgenetzten Baumwolltricot in eine Flotte enthaltend 1 g/l des Farbstoffes der Formel (1) [zugegeben in Form einer mit dem Präparat gemäß Beispiel 1 hergestellten Stammlösung enthaltend 10 g/l Farbstoff der Formel (1)] und 30 g/l Natriumsulfat eingeht, die Färbetemperatur mit 1°C/Minute auf 80°C erhöht, nach 30 Minuten 20 g/l calc. Natriumcarbonat und weitere 30 g/l Natriumsulfat zugibt, noch 60 Minuten bei dieser Temperatur färbt, anschließend spült, kalt seift, kochend in einer 0,3 %-igen Lösung eines nicht-ionogenen Waschmittels wäscht und schließlich trocknet. Man erhält eine intensive türkisfarbene Färbung. Mit inem 8 Wochen bei -20°C, 0°C, +20°C, +40°C oder +50°C gelagerten Präparat wird eine praktisch gleiche Färbung erhalten.

Case 1998CH017

- 9 -

Applikationsbeispiel 3

4 Teile des Farbstoffes der Formel (2), in Form des Präparates gemäß Beispiel 2 werden in 100 Teile Wasser gelöst. Mit dieser Lösung klotzt man ein Baumwollpopelinegewebe, bis zu einer Trockengewichtzunahme von 75 % und unterwirft es einer Zwischentrocknung. Das zwischengetrocknete Gewebe wird mit einer Minimalauftragapparatur bis zu einer Trockengewichtzunahme von 20 % mit einer 4 %-igen Natriumcarbonatlösung imprägniert und dann bei 100 - 102°C 30 Sekunden gedämpft. Nun wird gespült, kalt geseift, kochend in einer 0,3 %-igen Lösung eines nicht-ionogenen Waschmittels gewaschen und schließlich getrocknet. Man erhält eine schwarze Färbung. Mit einem 8 Wochen bei -20°C, 0°C, +20°C, +40°C oder +50°C gelagerten Präparat wird eine praktisch gleiche Färbung erhalten.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Case 1998CH017

- 10 -

PATENTANSPRÜCHE

1. Wäßriges Reaktivfarbstoffpräparat (P) welches eine wäßrige Lösung von  
(R) mindestens einem Reaktivfarbstoff  
und gegebenenfalls  
(F) mindestens einem Formulierungszusatz  
ist,  
gekennzeichnet durch einen Gehalt an  
(B) Biuret.
2. Wäßriges Reaktivfarbstoffpräparat (P) gemäß Anspruch 1, enthaltend als (F) eine oder mehrere  
der folgenden Komponenten  
(F1) Harnstoff,  
(F2) mindestens einen basischen oder kationischen Lösungsvermittler,  
(F3) mindestens ein Alkalimetallsalz einer Mineralsäure,  
(F4) ein Tensidsystem,  
(F5) einen Entschäumer  
und (F6) ein Mittel zur Bekämpfung der schädigenden Wirkung von Mikroorganismen.
3. Wäßriges Reaktivfarbstoffpräparat (P) gemäß Anspruch 2, enthaltend als (F) eine oder mehrere  
der Komponenten (F1), (F5) und (F6).
4. Verfahren zur Herstellung eines Präparates (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch  
gekennzeichnet, daß man einen Farbstoff (R) oder ein Farbstoffgemisch (R) in Gegenwart von  
Wasser mit (B) und gegebenenfalls (F) mischt.
5. Verwendung der Präparate (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3 zum Färben von mit  
Reaktivfarbstoffen färbbaren Substraten.
6. Verwendung nach Anspruch 5 zum Bedrucken.
7. Druckpaste, hergestellt mit einer Lösung (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3 und einem  
Verdickungsmittel, sowie gegebenenfalls einem Zusatz zur pH-Einstellung auf einen Wert im  
Bereich von 4 bis 7.

Case 1998CH017

- 11 -

8. Stammlösung, hergestellt durch Verdünnen einer konzentrierteren Lösung (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3 mit Wasser und gegebenenfalls Einstellen des pH-Wertes auf einen Wert im Bereich von 4 bis 7, und mit einem (R)-Gehalt im Bereich von 1 bis 10 Gew.-%.
9. Verwendung nach Anspruch 5 unter Verwendung einer Stammlösung nach Anspruch 8.
10. Verwendung nach Anspruch 6 unter Verwendung einer Druckpaste nach Anspruch 7.



Case 1998CH017

- 12 -

### ZUSAMMENFASSUNG

Wäßrige Reaktivfarbstoffpräparate (P), welche wäßrige Lösungen von

(R) mindestens einem Reaktivfarbstoff  
und gegebenenfalls

(F) mindestens einem Formulierungszusatz  
sind,

die durch einen Gehalt an

(B) Biuret  
gekennzeichnet sind, sind überraschend lager- und transportbeständig.

XD

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**